

PRODUCTION OF BULK SILICA POROUS BODY

Publication number: JP10194720

Publication date: 1998-07-28

Inventor: SUGIMOTO KENSHO; INAGAKI SHINJI; FUKUSHIMA YOSHIAKI; HIOKI TATSUMI; OGAWA MAKOTO

Applicant: TOYOTA CENTRAL RES & DEV

Classification:

- international: C01B33/12; C01B37/02; C04B38/00; H01S5/00; C01B33/00; C01B37/00; C04B38/00; H01S5/00; (IPC1-7): C01B33/12; H01S3/18

- European: C01B33/12F; C04B38/00P

Application number: JP19970014634 19970110

Priority number(s): JP19970014634 19970110

Also published as:

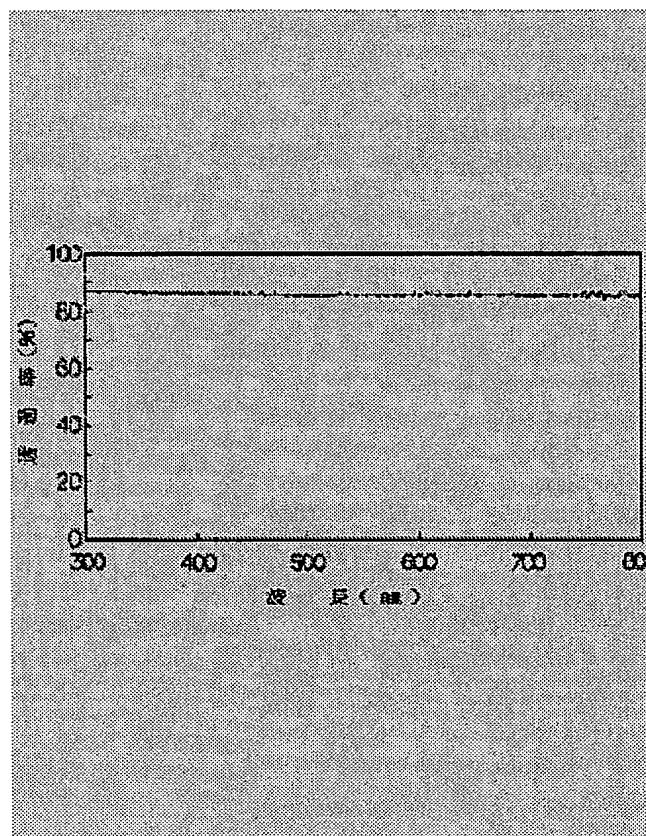
US5958577 (A)

[Report a data error here](#)

Abstract of JP10194720

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for producing a bulk silica porous body having large size hardly causing light scattering and uniform and selectable pore diameter and utilizable for optically functional materials, electronically functional materials, etc.

SOLUTION: This method for producing bulk-like silica porous body comprises carrying out a forming process for mixing and reacting an alkoxysilane which is a raw material with water and a surfactant and forming a silica/surfactant complex, carrying out an aging process for allowing the silica/surfactant complex to stand in a hermetically closed container and carrying out development of silica skeleton and formation of porous structure in the complex and carrying out a baking process for baking the silica/surfactant complex and removing the surfactant from the complex to form silica porous body.



Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-194720

(43) 公開日 平成10年(1998) 7月28日

(51) Int.Cl.⁹

識別記号

F I

C 0 1 B 33/12

C 0 1 B 33/12

Z

H 0 1 S 3/18

H 0 1 S 3/18

審査請求 未請求 請求項の数1 F D (全 6 頁)

(21) 出願番号

特願平9-14634

(22) 出願日

平成9年(1997) 1月10日

(71) 出願人 000003609

株式会社豊田中央研究所

愛知県愛知郡長久手町大字長湫字横道41番
地の1

(72) 発明者 杉本 憲昭

愛知県愛知郡長久手町大字長湫字横道41番
地の1 株式会社豊田中央研究所内

(72) 発明者 稲垣 伸二

愛知県愛知郡長久手町大字長湫字横道41番
地の1 株式会社豊田中央研究所内

(74) 代理人 弁理士 高橋 祥泰

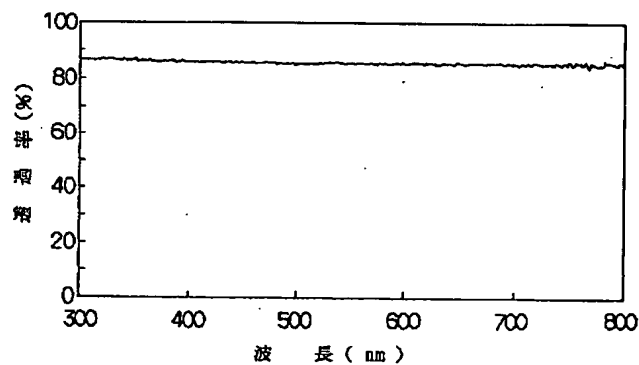
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 バルク状シリカ多孔体の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 本発明は、光散乱が生じ難い大きなサイズを有し、かつ、均一かつ選択可能な細孔径を有し、光学機能性材料、電子機能性材料等に利用可能なバルク状シリカ多孔体の製造方法を提供すること。

【解決手段】 原料であるアルコキシシラン、水及び界面活性剤を混合、反応させ、シリカ／界面活性剤複合体を形成する形成工程を行い、次いで、上記シリカ／界面活性剤複合体を密閉容器中で放置し、該複合体中におけるシリカ骨格の発達と多孔構造の形成を行う熟成工程を行い、次いで、上記シリカ／界面活性剤複合体を乾燥して、溶媒を除去し、該複合体を縮合させる乾燥工程を行い、次いで、上記シリカ／界面活性剤複合体を焼成し、該複合体より界面活性剤を除去し、シリカ多孔体となす焼成工程を行うこと。



(2)

【特許請求の範囲】

【請求項1】 原料であるアルコキシシラン、水及び界面活性剤を混合、反応させ、シリカ／界面活性剤複合体を形成する形成工程を行い、次いで、上記シリカ／界面活性剤複合体を密閉容器中で放置し、該複合体中におけるシリカ骨格の発達と多孔構造の形成を行う熟成工程を行い、次いで、上記シリカ／界面活性剤複合体を乾燥して、溶媒を除去し、該複合体を縮合させる乾燥工程を行い、次いで、上記シリカ／界面活性剤複合体を焼成し、該複合体より界面活性剤を除去し、シリカ多孔体となす焼成工程を行うことを特徴とするバルク状シリカ多孔体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【技術分野】本発明は、光学機能性材料、電子機能性材料等として使用可能なバルク状シリカ多孔体の製造方法に関する。

【0002】

【従来技術】多孔体の中で、特に細孔径（本明細書においては、細孔の直径を意味する。）が1～10nmの範囲にあり、かつ上記細孔径が特に狭い範囲に分布している多孔体をメソ多孔体と称する。このようなメソ多孔体は、これが保有する均一かつある程度の大きさを持った細孔を利用して、ガス及び溶液の分離、吸着材料として利用されている。また、上記細孔に、例えば、金属材料、半導体材料等を充填して、光学機能素子、電子機能性素子等の機能性材料として利用されている。

【0003】また、上記メソ多孔体の製造方法としては、例えば層状珪酸塩の一種であるカネマイトと界面活性剤とのイオン交換により製造する方法（特開平4-238810号）やシリカゲルと界面活性剤とを密封した耐圧容器内で水熱合成することにより合成する方法等が知られている。

【0004】

【解決しようとする課題】しかしながら、従来の製造方法では、結晶子サイズが小さいメソ多孔体しか製造することができなかった。そのため、上記メソ多孔体を光学機能性材料として使用する際には、光の散乱が問題となり、その使用範囲が限定される。

【0005】また、上記メソ多孔体を電子機能性材料として使用する際には、上記メソ多孔体の加工性が悪いことから、電極コンタクトの取り方に特殊な方法を用いる必要があり、使い勝手が悪いという問題がある。これらのことより、従来の製造方法により得られたメソ多孔体は、光学機能性材料及び電子機能性材料として利用することが困難であった。

【0006】なお、上記光学機能性材料とは、光学フィルター、偏光素子、波長変換素子、光演算素子などの原材料として使用されるものである。また、上記電子機能性材料とは、量子演算素子、電子導波路素子、超高密度

メモリなどの原材料として使用されるものである。

【0007】本発明は、かかる問題点に鑑み、光散乱が生じ難い大きなサイズを有し、均一かつ選択可能な細孔径を有し、光学機能性材料、電子機能性材料等に利用可能なバルク状シリカ多孔体の製造方法を提供しようとするものである。

【0008】

【課題の解決手段】請求項1の発明は、原料であるアルコキシシラン、水及び界面活性剤を混合、反応させ、シリカ／界面活性剤複合体を形成する形成工程を行い、次いで、上記シリカ／界面活性剤複合体を密閉容器中で放置し、該複合体中におけるシリカ骨格の発達と多孔構造の形成を行う熟成工程を行い、次いで、上記シリカ／界面活性剤複合体を乾燥して、溶媒を除去し、該複合体を縮合させる乾燥工程を行い、次いで、上記シリカ／界面活性剤複合体を焼成し、該複合体より界面活性剤を除去し、シリカ多孔体となす焼成工程を行うことを特徴とするバルク状シリカ多孔体の製造方法にある。

【0009】上記アルコキシシランとしては、テトラメトキシシラン、テトラエトキシシラン、テトラプロポキシシランを使用することができる。また、上記界面活性剤としては、長鎖アルキル基及び親水基を有する化合物を使用することができる。また、このような界面活性剤としては、アルキルトリメチルアンモニウムを使用することができる。なお、他の界面活性剤としては、ラウリル酸、ドデシル硫酸ナトリウムという化合物を使用することができる。

【0010】また、上記形成工程において、アルコキシシラン、界面活性剤及び水を混合することにより上記複合体が溶液中に発生するが、この時、アルコキシシラン、界面活性剤中の一部の水溶性の成分が水に溶解する。乾燥工程において除去される溶媒とは、この水溶成分と水とよりなる。

【0011】本発明の作用につき以下に説明する。本発明にかかる製造方法においては、原料の混合、反応により得られたシリカ／界面活性剤複合体を密閉容器中において放置し、該複合体中におけるシリカ骨格の発達と多孔構造の形成を行う熟成工程を行う。

【0012】この工程を行うことにより、シリカ／界面活性剤複合体より溶媒が急速に除去されることを防止できる。従って、上記複合体には急激な縮合が生じず、固化による破壊が発生しない。よって、本発明によれば、その結晶子サイズが0.1mm～1.0mmという、大きなバルク状のシリカ多孔体を得ることができる。また、複合体に急激な縮合が生じないことから、大きく均一な細孔径を有するバルク状のシリカ多孔体を得ることができる。

【0013】そのため、本発明の製造方法により得られたバルク状シリカ多孔体は、従来方法により得られたシリカ多孔体と異なり、光の波長に対して大きな一次構造

(3)

3

を持つこととなる。このため、上記バルク状シリカ多孔体においては光散乱が生じ難くなり、優れた透明性を発揮することができる。

【0014】ここに、シリカの光学的な特性につき記述するが、一般にシリカは可視光域での吸収が殆どなく、目視上は透明であるという特徴を有する。なお、透過率を波長400nmから800nmまでの範囲において測定し、得られた透過率が常に80%以上であり、かつ波長の長短に関わらず透過率がほぼ一定であることをもって可視光域で透明であるとした(図1参照)。

【0015】また、従来方法により得られたシリカ多孔体は小さな結晶子からなるため、その結晶子サイズが光の波長と同程度のものが存在する。従って、界面における光散乱が大きく、不透明であった。

【0016】また、従来のシリカ多孔体の形態は、いわゆる粒径の小さな粉体であるため、そのままでは光学的な特性の測定は困難であった。しかし、本発明によれば、光学的な特性の測定に十分な大きさを持ったバルク状シリカ多孔体を得ることができる。即ち、本発明により得られたバルク状シリカ多孔体は通常の透過配置で透過率等の光学特性測定が可能である。従って、上記バルク状シリカ多孔体は、光学機能性材料として利用する際、その性能判定が容易である。更に、本発明により得られたバルク状シリカ多孔体は、均一な細孔径を有することからも、光散乱が生じ難い。

【0017】以上により、本発明により製造されたバルク状シリカ多孔体は、可視光域において透明で、かつ光散乱が少ない。よって、上記バルク状シリカ多孔体は光学機能性材料として利用することが可能であり、例えば、光ファイバー、光学フィルター、偏光板等の光学材料、光学装置に最適である。特に光ファイバーに利用した場合、在来材料と比較して、機能性を持った材料をナノサイズで閉じ込めることが可能であるため、ファイバー型波長変換素子のような優れた性能を発揮する。

【0018】また、その他にも、発振波長域可変の半導体レーザー媒質として利用した場合に、在来材料と比較して、細孔径の制御により発振波長の異なるレーザーを設計可能である。

【0019】また、上記バルク状シリカ多孔体は、1~10mmの均一な細孔を持つシリカ多孔体であり、細孔内に半導体あるいは金属材料を閉じ込めることにより量子点あるいは量子細線として利用可能であることから、電子機能性材料として利用することが可能であり、例えば、量子演算素子、電子導波路素子、超高密度メモリ等の電子材料、電子装置に最適である。

【0020】特に、量子演算素子に利用した場合、在来材料と比較して、細孔内に閉じ込められた材料に対する量子閉じ込め効果が大きいため、従来の半導体微細加工技術では極低温でしか動作しなかった素子をより高温域で動作可能とすることができる。

4

【0021】また、本発明により得られたバルク状シリカ多孔体を包接化合物のホスト材として用いることにより、在来のゼオライト、メソ多孔体等と比較して、1mm以上の大きな分子あるいは原子クラスターを高密度に保持するという優れた性質を得ることができる。なお、上記包接化合物とは、細孔内に機能性を持った有機分子等を保持したもので、触媒材料等に応用することができる化合物である。

【0022】更に、本発明にかかる製造方法において、バルク状シリカ多孔体を構成するシリカ骨格は、原料であるアルコキシシラン、水、界面活性剤より得られたシリカ/界面活性剤複合体において、シリカが界面活性剤よりなるミセル集合体を覆うことにより形成される。

【0023】上記ミセル集合体は、乾燥工程、焼成工程において除去される。そして、シリカ/界面活性剤複合体において、ミセル集合体が存在し、その後これが除去された部分がバルク状シリカ多孔体の細孔となる。また、上記界面活性剤の炭素鎖の長さにより、上記ミセル集合体の大きさ、形状等は変化する。以上により、本発明においては、使用する界面活性剤によって細孔の大きさ等が変化する。

【0024】ところで、本発明におけるバルク状多孔体の構造の特徴を以下に述べる。上記バルク状多孔体は上記ミセル集合体をテンプレートとして細孔が形成されるため、極めて均一性の高い細孔径分布を持つ。上記テンプレートは、上記界面活性剤が親水基と疎水基との相互作用により形成されるものである。上記界面活性剤は棒状の形態を持ち、シリカとの相互作用により、上記ミセル集合体を形成する。そして、この結果生成するシリカ/界面活性剤複合体が本発明にかかるバルク状シリカ多孔体の前駆体となる。

【0025】従来の合成法では、原材料を水熱合成条件下で有機物ミセルとなし、その後これを結晶化させることによりメソ多孔体を作成する。このため、上記有機物ミセルは格子を組んだ形で六方晶の蜂の巣状構造となっている。

【0026】本発明においては、常温で上記前駆体を長時間かけて乾燥し、その後焼成することによりシリカ/界面活性剤複合体よりミセル集合体を取り除く。そして、上記シリカ/界面活性剤複合体より除去前のミセル集合体は結晶化に至らない。即ち格子を組んだ形となっていない。

【0027】透過電子顕微鏡観察とX線構造解析により、本発明にかかるバルク状シリカ多孔体においては、ミセル集合体の構造を反映した線状の細孔が絡み合い、また上記シリカ/界面活性剤複合体においては隣接するミセル集合体であった細孔間の距離をほぼ均一に保ちながら全体のバルク状シリカ多孔体が形成されている。

【0028】一方、従来のメソ多孔体においては、上述したごとく、上記有機物ミセルが六方晶に配列構造をと

(4)

5

る。しかし、この配列構造に比べてシリカ成分がより大きくなるため、細孔容量は減少するが、全体の密度は大きくなる傾向がある。

【0029】なお、もう一つのシリカ多孔体である相分離を利用した多孔ガラスと、本発明にかかるバルク状シリカ多孔体とを比べた場合には、本発明にかかるバルク状シリカ多孔体はミセル集合体より生成した細孔径の均一性が高いこと、および細孔の形状が直線状であるという特徴を有してなり、一方、上記多孔ガラスは網目状の細孔を有するという特徴を有してなり、この点即ち細孔形態において違いを認めることができる。

【0030】このような構造上の特徴を有するため、本発明によれば、バルク状シリカ多孔体における細孔内部に様々な金属、半導体、誘電体を閉じこめ、閉じ込め型機能材料として利用する際に、その利用目的に応じた細孔径を有するバルク状シリカ多孔体を容易に得ることができる。

【0031】また、本発明により得られたバルク状シリカ多孔体は完全な単結晶ではなく、内部の細孔方向は異方性を持たないため、細孔の連続性が確保されている。このため、上記バルク状シリカ多孔体の一方の端面から他方の端面へガス等の拡散を行うことが可能である。これにより、本発明により得られたバルク状シリカ多孔体は、その細孔径より大きな分子と小さな分子とを分離することができる選択・分離材料として使用することができる。

【0032】また、本発明の製造方法により得られたバルク状シリカ多孔体は、前駆体状態（ソル状態）において、所望の形状の型に入れる等の処理により、成形可能であることから、より優れた形状加工性を有している。このため、上記シリカ多孔体は各種機能材料として容易に利用することができる。

【0033】以上のように、本発明によれば、光散乱が生じ難い大きなサイズを有し、均一かつ選択可能な細孔径を有し、光学機能性材料、電子機能性材料等に利用可能なバルク状シリカ多孔体の製造方法を提供することができる。

【0034】以下に、上記製造方法について詳細に説明する。まず、上記形成工程につき説明する。上記形成工程において、『シリカ／界面活性剤のモル比』は、2から10の範囲内にあることが好ましい。なお、上記『シリカ／界面活性剤のモル比』とは、上記原料の混合において添加した界面活性剤の総量に対する他の原料に含まれるSiの総量の比を表す。これにより、十分な細孔容量を持ったバルク状シリカ多孔体を得ることができる。

【0035】上記『シリカ／界面活性剤のモル比』が10より大きい場合には、界面活性剤同士の相互作用が弱まり、ミセル集合体によるシリカ骨格の多孔体化が起こらず、殆ど細孔容量を持たないガラス体が形成されてしまうおそれがある。

6

【0036】一方、上記『シリカ／界面活性剤のモル比』が2未満である場合には、界面活性剤よりなるミセル集合体を覆うだけのシリカが存在しないため、シリカ骨格が十分に発達することができず、その後の界面活性剤の除去工程と共に複合体の構造が崩壊し、透明性の失われた、光機能性材料として不適当なバルク状シリカ多孔体しか得られないおそれがある。なお、上記『シリカ／界面活性剤のモル比』のより好ましい値は、下限が3、上限が5である。

【0037】次に、上記アルコキシシラン、界面活性剤、水の混合方法としては、特に限定しないが、最初にアルコキシシランに水を添加し、室温で30分～3時間攪拌した後に、界面活性剤を添加することが望ましい。また、上記水は、上記アルコキシシランが含有する珪素1モル当たり0.5～10モル添加することが好ましい。

【0038】上記混合方法により、アルコキシシランが容易に直鎖状のアルコキシシラン重合物となることができる。そして、上記アルコキシシラン重合物と界面活性剤よりなるミセル集合体との相互作用により、光学的欠陥のない透明性を保ったバルク状シリカ多孔体を得ることができる。

【0039】上記水の添加量が0.5モル以下の場合には、アルコキシシランの加水分解が不十分となり、これのゲル化が起こらず、バルク状シリカ多孔体を得られないおそれがある。一方、10モルより多く添加した場合には、アルコキシシランの加水分解及び縮重合が急速に進行し、界面活性剤のミセル集合体をシリカ骨格が取り込むことができず、細孔を持たないガラス体が形成されてしまうおそれがある。

【0040】更に、上記混合に当たっては、少量の酸を添加することが望ましい。これにより、各成分が溶解しやすくなり、均一なアルコキシシラン及び界面活性剤の水溶液が調製しやすくなる。

【0041】また、上記混合の際のpHは1～4の範囲に調整されることが望ましい。上記pHが1未満である場合には、加水分解及び縮合が急速に進行し、均一な細孔の形成が妨げられるおそれがある。一方、上記pHが4より大きい場合には、各成分の溶解が不十分となり、必要な加水分解が行われぬおそれがある。

【0042】なお、上記酸としては、希塩酸（例えば2規定）を用いることができるが、硫酸等他の酸でも良い。なお、上記界面活性剤の混合方法としては、粉末のまま水に添加することもできるが、少量の水に溶解した後、添加することもできる。

【0043】次に、熟成工程について説明する。上記熟成工程は、温度20～110℃において行うことが好ましく、更にその熟成工程の継続時間は12時間以上が望ましい。上記温度が110℃よりも高い場合にはアルコキシシランの縮重合反応が急速に進行し、多孔構造の形

(5)

7

成が阻害されるおそれがある。また、継続時間が12時間未満である場合にはシリカ骨格が未発達となり、その後の乾燥過程においてシリカ骨格に亀裂が生じ、得られたバルク状シリカ多孔体が可視光域における透明性を失うおそれがある。

【0044】次に、上記乾燥工程につき説明する。上記乾燥工程では、まず上記熟成工程で発生したメタノール溶液の蒸発速度の制御が必要である。なお、上記メタノール溶液は、上記形成工程、熟成工程において、 $(\text{CH}_3\text{O})_4\text{Si} + \text{H}_2\text{O} \rightarrow (\text{CH}_3\text{O})_3\text{SiOH} + \text{CH}_3\text{OH}$ という現象により発生する。

【0045】上記乾燥工程は、温度20～110℃で行うことが好ましい。これにより、徐々にメタノール及び水を蒸発させることができる。更に好ましくは、上記乾燥工程は、雰囲気中のメタノール及び水の分圧を飽和蒸気圧の50～80%に保ちながら乾燥するのが好ましい。上記メタノール溶液の蒸発速度が速すぎる場合には、シリカ/界面活性剤複合体の縮重合に伴い、ここに亀裂が発生し、可視光域の透明性が損なわれたバルク状シリカ多孔体しか得られないおそれがある。

【0046】次に、上記焼成工程につき説明する。上記焼成工程は、温度500～1000℃において行うことが好ましい。好ましくは、焼成工程における昇温速度は、2～10℃/分、空気気流下あるいは酸素気流下にて行うことが望ましい。

【0047】上記加熱温度が500℃未満の場合には細孔内に未燃焼の有機成分が残留するおそれがあり、また、1000℃以上の場合にはシリカ骨格が崩れ、多孔構造が損なわれるおそれがある。

【0048】次に、本発明にかかる製造方法により得られたバルク状シリカ多孔体につき、以下に説明する。即ち、上記製造方法によれば、細孔径分布曲線における最大のピークを示す細孔径が1～10nmの範囲内にあり、かつ、上記細孔径分布曲線における最大のピークを示す細孔径の-40～+40%の細孔径範囲内に、全細孔容積の60%以上が含まれており、更に、結晶子サイズがミリメートルからセンチメートルサイズで光学的に可視光域(400nm～800nm)で透過率80%以上を有するバルク状シリカ多孔体を得ることができる。

【0049】このようなバルク状シリカ多孔体は、請求項1において示した数々の結晶子サイズが大きい、また細孔径が大きくかつ均一であるという特徴を有する、優れた多孔体である。なお、上記細孔分布曲線とは、メソ多孔体の細孔容積(V)を細孔径(D)で微分した値(dV/dD)を細孔径(D)に対してプロットした曲線を示している(図2参照)。上記細孔分布曲線は、例えば、気体吸着法により作成することができる。なお、上記気体吸着法において最もよく用いられる気体は窒素である。

【0050】また、上記製造方法によれば、細孔径分布

8

曲線における最大のピークを示す細孔径が1～10nmの範囲内にあり、かつ水蒸気吸着等温線において、相対蒸気圧が0.2変化したときの吸着量変化が0.1g/cc以上の部分を有するバルク状シリカ多孔体を得ることができる。このようなバルク状シリカ多孔体は、請求項1において示した数々の特徴を有する、優れた多孔体である。

【0051】また、上記製造方法によれば、全体の80重量%以上が珪素及び酸素よりなるバルク状シリカ多孔体を得ることができる。

【0052】実施形態例

本発明の実施形態例にかかるバルク状シリカ多孔体の製造方法及び得られたバルク状シリカ多孔体の性能につき説明する。本例にかかるシリカ多孔体の製造方法を以下に説明する。まず、原料であるアルコキシシラン、水及び界面活性剤を混合、反応させ、シリカ/界面活性剤複合体を形成する形成工程を行い、次いで、上記シリカ/界面活性剤複合体を密閉容器中で放置し、該複合体中におけるシリカ骨格の発達と多孔構造の形成を行う熟成工程を行う。

【0053】次いで、上記シリカ/界面活性剤複合体を乾燥して、溶媒を除去し、該複合体を縮合させる乾燥工程を行い、次いで、上記シリカ/界面活性剤複合体を焼成し、該複合体より界面活性剤を除去し、シリカ多孔体となす焼成工程を行う。以上によりバルク状シリカ多孔体を得ることができる。

【0054】以下に、上記製造方法につき詳細に説明する。アルコキシシランであるテトラメトキシシラン(TMOS)15.2gに水3.6g及び2規定の塩酸約0.1gを添加し、室温で1時間攪拌した。この添加と攪拌とにより得られた溶液に、界面活性剤であるドデシルトリメチルアンモニウムブロマイド(DDTA)7.71gを更に添加し、数分間激しく攪拌し、均一な前駆体溶液を得た。これが形成工程である。次に、上記前駆体溶液を密封状態で45℃保温下にて24時間の熟成工程を行った。以上により、透明度の高いシリカ/界面活性剤複合体を得た。

【0055】上記シリカ/界面活性剤複合体のシリカ骨格の縮重合を完了させるため、以下に示す乾燥工程を行った。乾燥時雰囲気におけるメタノール分圧を約50%に保ちながら、45℃にて36時間乾燥処理を行った。以上により、亀裂のない透明性を保ったシリカ/界面活性剤複合体の乾燥体を得ることができた。

【0056】次に、上記シリカ/界面活性剤複合体の乾燥体を酸素/窒素比が1:4の混合気流中にて昇温速度2℃/分で550℃まで昇温し、6時間保持した後、室温まで冷却、焼成工程を行った。この工程により、シリカ/界面活性剤複合体は界面活性剤を除去されると共にシリカ骨格の縮重合が完了し、バルク状シリカ多孔体となる。得られたバルク状シリカ多孔体の大きさは、1～

9

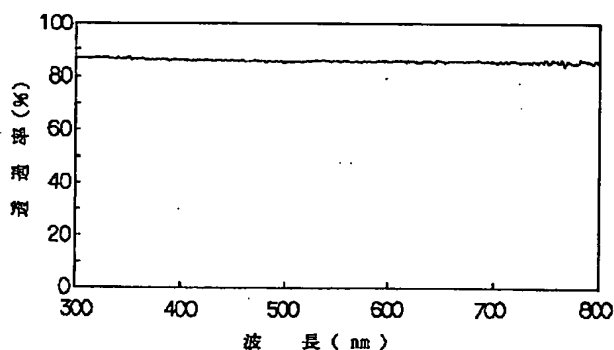
10mm角であった。

【0057】また、上記バルク状シリカ多孔体について可視光域での透過率曲線（波長300～800nmにおける可視-紫外透過率スペクトル）を測定し、図1に示した。なお、上記透過率曲線は、日立330形自記分光光度計を用いて、スポット径5mmにて測定した。同図より、本例にかかるバルク状シリカ多孔体が可視光域における透過率が常に80%以上であり、かつその値が一定であることが分かった。即ち、本例にかかるバルク状シリカ多孔体が可視光域で透明であることが分かった。

【0058】また、上記バルク状シリカ多孔体における細孔分布曲線を、液体窒素温度において定容量法を用いて測定した窒素吸着等温線からCranston-Incaly法を用いて計算した。以上により、得られた窒素吸着等温線から求めた細孔分布曲線を図2に示す。同図によれば、本例にかかるバルク状シリカ多孔体の細孔径は大きさが揃っていることが分かった。

【0059】本例の作用効果につき、以下に説明する。本例の製造方法により得られたバルク状シリカ多孔体

【図1】



(6)

10

は、その結晶子の大きさが1～10nm、可視光域で透明である。また、1.5nmの細孔径を有する細孔が最も多い（図2参照）。以上により、上記バルク状シリカ多孔体は、半導体、金属を閉じ込め、量子効果素子あるいは半導体レーザー媒質として利用することができ、また、この場合には、高温動作が可能になるあるいは細孔径制御によりレーザー発振波長が設計可能になるという優れた性能を発揮することができる。

【0060】

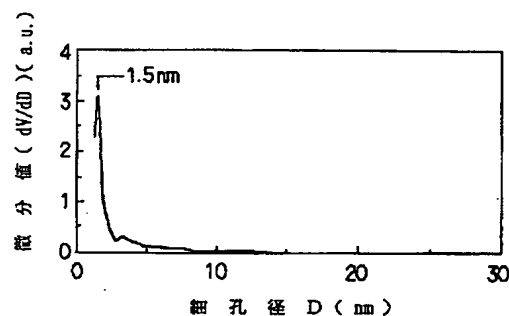
【発明の効果】上記のごとく、本例によれば、光散乱が生じ難い大きなサイズを有し、かつ、均一かつ選択可能な細孔径を有し、光学機能性材料、電子機能性材料等に利用可能なバルク状シリカ多孔体の製造方法を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】実施形態例における、本例にかかるバルク状シリカ多孔体の可視光域での透過率曲線を示す線図。

【図2】実施形態例における、本例にかかるバルク状シリカ多孔体の細孔分布曲線を示す線図。

【図2】



フロントページの続き

(72) 発明者 福嶋 喜章
愛知県愛知郡長久手町大字長湫字横道41番
地の1 株式会社豊田中央研究所内

(72) 発明者 日置 辰視
愛知県愛知郡長久手町大字長湫字横道41番
地の1 株式会社豊田中央研究所内

(72) 発明者 小川 誠
東京都新宿区赤城下町62番地 アネックス
62-404